

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-077380

(43)Date of publication of application : 14.03.2000

(51)Int.Cl.

H01L 21/304

C11D 1/02

C11D 1/66

C11D 3/20

C11D 3/26

(21)Application number : 10-243049

(71)Applicant : NEOS CO LTD

(22)Date of filing : 28.08.1998

(72)Inventor : WADA HIROSHI

KAWATAKE TAIJI

(54) DETERGENT COMPOSITION FOR MANUFACTURE PROCESS OF SILICON  
WAFER MANUFACTURE PROCESS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a detergent composition for silicon wafer manufacturing which is not inflammable and has no influence on a silicon ingot and has little influence on the human body and environment, either, and is capable of dilution by water and is economically excellent, too, to say nothing of the matter that the washing property to contaminated oil a slicing agent, abrasive grain, silicon fragments, etc., adhering to the wafer after silicon especially by a wire saw method is good.

SOLUTION: This is a detergent composition for silicon wafer manufacturing which contains the components of the following a, b, and c. (a) 5-20 wt.% of ethylene glycol solvent expressed by a general formula (1):  $R_1O-(CH_2CH_2O)_n-R_2$  (R1 shows an alkyl group of 1-4 in the number of hydrogen atoms or the carbon atoms. R2 shows an alkyl group or 1-4 in the number of carbon atoms. n shows an integer of 1-3). (b) 0.5-30 wt.% of one kind selected from the group of a cathode ion interface activator, a nonion interface activator, and an alkyl amine oxide. (c) 50-94.5 wt.% of water.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of  
rejection]

[Kind of final disposal of application other  
than the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

1201

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-77380

(P2000-77380A)

(43) 公開日 平成12年3月14日 (2000.3.14)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
H 0 1 L 21/304	6 4 7	H 0 1 L 21/304	6 4 7 A 4 H 0 0 3
C 1 1 D 1/02		C 1 1 D 1/02	
1/66		1/66	
3/20		3/20	
3/26		3/26	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 4 頁)			

(21) 出願番号 特願平10-243049

(22) 出願日 平成10年8月28日 (1998.8.28)

(71) 出願人 000135265

株式会社ネオス

兵庫県神戸市中央区磯辺通3丁目1番2号

(72) 発明者 和田 寛

滋賀県甲賀郡甲西町大池町1番1 株式会  
社ネオス内

(72) 発明者 川竹 泰司

滋賀県甲賀郡甲西町大池町1番1 株式会  
社ネオス内Fターム (参考) 4H003 AB14 AC08 AC15 DA15 ED02  
ED29

(54) 【発明の名称】 シリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物

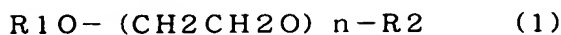
(57) 【要約】

【課題】 本発明は、特にワイヤソー方式によるスライシング後のウエハに付着したスライシング油剤、砥粒及びシリコン屑等の汚染油に対する洗浄性が良好であるのはもとより、引火性やシリコンインゴットへの影響も無く、また人体や環境への影響も少なく、水による希釈が可能な経済的にも優れたシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物を提供することである。

【解決手段】 本発明は、次の (イ)、(ロ) 及び

(ハ) の成分を含有するシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物を提供する。

(イ) 一般式 (1) :



(R1は、水素原子又は炭素原子数1~4のアルキル基を示す。R2は、炭素原子数1~4のアルキル基を示す。nは、1~3の整数を示す。) で表されるエチレングリコール系溶剤 5~20重量%

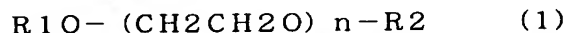
(ロ) 陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤及びアルキルアミノオキサイドの群から選ばれる少なくとも1種 0.5~30重量%

(ハ) 水 50~94.5重量%

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 以下の（イ）、（ロ）及び（ハ）の成分を含有するシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物。

（イ）一般式（1）：



（R1は、水素原子又は炭素原子数1～4のアルキル基を示す。R2は、炭素原子数1～4のアルキル基を示す。nは、1～3の整数を示す。）で表されるエチレングリコール系溶剤 5～20重量%

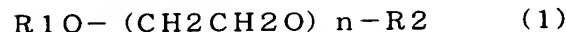
（ロ）陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤及びアルキルアミンオキサイドの群から選ばれる少なくとも1種 0.5～30重量%

（ハ）水 50～94.5重量%

【請求項2】 以下の（イ）、（ロ）、（ハ）及び

（二）の成分を含有するシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物。

（イ）一般式（1）：



（R1は、水素原子又は炭素原子数1～4のアルキル基を示す。R2は、炭素原子数1～4のアルキル基を示す。nは、1～3の整数を示す。）で表されるエチレングリコール系溶剤 5～20重量%

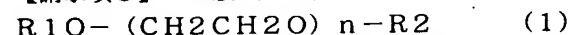
（ロ）陰イオン界面活性剤及び非イオン界面活性剤の少なくとも1種 0.5～30重量%

（ハ）アルキルアミンオキサイド 0.5～30重量%

（二）水 50～94.5重量%

ただし、（ロ）と（ハ）の合計量は30重量%を超えないこと。

【請求項3】 一般式（1）：



で表されるエチレングリコール系溶剤が、ジエチレングリコールジブチルエーテルである請求項1及び2に記載のシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物。

【請求項4】 陰イオン界面活性剤が、2級アルキルスルホン酸塩である請求項1、2及び3に記載のシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物。

【請求項5】 非イオン界面活性剤が、エチレンオキサイド付加モル数が2～6のポリオキシエチレン2級アルコールエーテルである請求項1、2、3及び4に記載のシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物。

【請求項6】 アルキルアミンオキサイドが、ドデシルアミンオキサイドである請求項1、2、3、4及び5に記載のシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、シリコンウエハ製造工程でのシリコンインゴットをスライスした後のシリコンウエハ表面に付着したスライシング油剤、砥粒及びシリコン屑等を除去する目的で使用される洗浄剤組成物

に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 シリコンウエハ製造工程でのシリコンインゴットをスライスする方法として、内周刃方式、バンドソー方式、ワイヤーソー方式等がある。この時、スライシング油剤が使用されるが、スライシング後、シリコンウエハ表面には、スライシング油剤が砥粒やシリコン切り屑等が混合分散した状態で付着しており、次の工程に移るためにこれらを洗浄する必要がある。特にワイヤーソー方式では、インゴットをスライススペースと呼ばれる固定台に接着剤を用いて固定し、スライススペースの一部まで切断しながらインゴットを切断しウエハを製造する。そして、切断されたインゴットはスライススペースに付いたまま洗浄されるが、切断した切りしろは約0.2mmと狭く、しかもワイヤー油剤は高い粘性を持っているため、砥粒、シリコン屑等を含有した状態で、切りしろの間に完全に詰まった状態にあり、極めて洗浄の困難な状態となっている。

【0003】 従来アルカリ洗浄剤が用いられていたが、この場合初期の洗浄力はあるが、洗浄液へのワイヤー油剤の混入による洗浄力の低下が速く、しかも、シリコンウエハ表面がエッチングされ変色するという欠点があった。

【0004】 また、特開平9-223679号では、炭化水素系溶剤、有機溶剤、非イオン系界面活性剤、及び水よりなる洗浄剤組成物が提案されているが、水分が蒸発すると引火性を持つことや、すすぎ後水はじきによりシミ状の残存物が残るといった問題点がある。

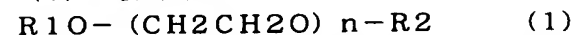
## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、以上のような欠点を解決すべくなされたものであり、特にワイヤー油剤の洗浄において、洗浄性が良好であり、引火点も無く、シリコンインゴットへの影響も無く、人体や環境への影響も少なく、水による希釈が可能で経済的にも優れたシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物を提供することである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明は、次の（イ）、（ロ）及び（ハ）の成分を含有するシリコンウエハ製造工程用洗浄剤組成物を提供する。

（イ）一般式（1）：



（R1は、水素原子又は炭素原子数1～4のアルキル基を示す。R2は、炭素原子数1～4のアルキル基を示す。nは、1～3の整数を示す。）で表されるエチレングリコール系溶剤 5～20重量%

（ロ）陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤及びアルキルアミンオキサイドの群から選ばれる少なくとも1種 0.5～30重量%

（ハ）水 50～94.5重量%

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明の洗浄剤組成物に含有するエチレングリコール系溶剤は、一般式(1)で表され、R1は、水素原子又は、炭素原子数1～4のアルキル基を示し、R2は、炭素原子数1～4のアルキル基を示す。nは、1～3の整数を示す。

【0008】具体的に例示すると、エチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノプロピルエーテル、ジエチレングリコールモノプロピルエーテル、エチレングリコールモノイソプロピルエーテル、ジエチレングリコールイソプロピルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノイソブチルエーテル、ジエチレングリコールモノイソブチルエーテル、エチレングリコールモノヘキシルエーテル、ジエチレングリコールモノヘキシルエーテル、エチレングリコールモノベンジルエーテル、エチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジブチルエーテル、トリエチレングリコールジブチルエーテル等が挙げられる。好ましくは、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノヘキシルエーテル、ジエチレングリコールジブチルエーテル、トリエチレングリコールジブチルエーテル等が挙げられる。特に好ましくは、ジエチレングリコールジブチルエーテルである。これらは、単一で用いてもよく、また、それぞれ混合して用いてもよい。

【0009】エチレングリコール類の配合量は、洗浄剤組成物全体に対して、5～20重量%である。5重量%より少ないと洗浄性は充分ではなく、20重量%より多いとすすぎが不完全となったり、引火性を有する場合があり好ましくない。

【0010】本発明に使用する陰イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤及びアルキルアミンオキシドは、系において成分エチレングリコール系溶剤を溶解させ、且つ強力な浸透性を持たせるものである。具体的に陰イオン性界面活性剤を例示すると、高級脂肪酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、n-パラフィンスルホン酸塩、α-オレフィンスルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、2級アルコールスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、高級アルコール硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルリン酸塩等が挙げられる。好ましくは、ジアルキルスルホコハク酸塩(ジアルキルの炭素数は10～18)、2級アルコールスルホン酸塩(2級アルコールの炭素数は10～18)である。

【0011】非イオン性界面活性剤の具体例を例示すると、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン2級アルコールエーテル等が挙げられる。好ましくは、エチレンオキシド付加モル数が2～6のポリオキシエチレン2級アルコールエーテル(2級アルコールの炭素数は10～18)である。

【0012】アルキルアミンオキシドのアルキル基は、炭素原子数8～18が好ましい。具体的に例示すると、デシルアミンオキシド、ドデシルアミンオキシド等が挙げられる。

【0013】これら陰イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤及びアルキルアミンオキシドの配合量は、これらの合計が洗浄剤組成物全体に対して、0.5～30重量%である。0.5重量%以下であると、浸透助剤としての性能が発揮できず、30重量%を超えると、自らの溶解性に問題が生じたり、引火性を発生する場合があり好ましくない。好ましい配合量は、2.5～20重量%である。

【0014】本発明の洗浄剤組成物の成分水の配合量は、洗浄剤組成物全体の50～94.5重量%である。好ましくは、60～80重量%である。

【0015】必要に応じて、防錆添加剤、腐食抑制剤、防食剤等を適宜配合してもよい。

【0016】本発明の洗浄剤組成物は、一般に原液にて使用するが、要求に応じて水に希釈して使用してもよい。ただし、洗浄能力から2重量%以上が好ましい。

【0017】本発明の洗浄剤組成物を用いた洗浄方法としては、浸漬洗浄法、超音波洗浄法、攪拌洗浄法、ブラッシング洗浄法等の公知の洗浄方法を利用することができる。洗浄後は、一般に純水を用いすすぎを行い、エアブロー等により乾燥を行う。

## 【0018】

【実施例】以下実施例を用いて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例1～8、比較例1～4

表1に示す洗浄剤組成物をそれぞれ調整し、以下に示す

(a) 浸漬による洗浄試験と(b) 超音波を用いた洗浄試験を行った。その結果を表1に示した。

【0019】(a) 浸漬による洗浄試験方法

多結晶シリコンウェハに砥粒を分散させたスライシング油剤(パレス化学(株)製PL-SW-1)を汚染油としてウェハ前面に塗布し、一昼夜放置したものをテストピースとした。表1に示す実施例1～7及び比較例3の洗浄剤組成物の10%水溶液と比較例1～2の原液(液温40℃)にテストピースを10分間浸漬、次いで純水を用いて3分間水洗(すすぎ)し、室温で乾燥後、洗浄性の評価を行った。洗浄性評価は、洗浄前後の汚染油の減量を洗浄前塗布量で割ったものを洗浄除去率として算出した。また、すすぎ性、つまり、上記の純水によるすすぎ

処理後の多結晶シリコンウェハ表面の油膜残渣の状態を目視にて観察し、油膜残渣があるものを×、ないものを○と判定した。

【0020】(b) 超音波を用いた洗浄試験方法

8インチ単結晶シリコンウェハ3枚を0.2mm間隔でセットし、浸漬による洗浄試験で用いた砥粒を分散させたスライシング油剤をウェハ間に完全に染み込ませたものをテストピースとした。浸漬による洗浄試験で用いた洗浄液(4リットル、60℃)にテストピースを浸漬し、

28kHz、600Wの超音波洗浄を30分、2回行い、すすぎ、乾燥して浸漬による洗浄試験と同様に評価した。結果を表1に示した。

【0021】また、実施例についてpHと引火点を測定(クリーブランド開放型引火点測定装置を用いた)したが、pHは、6~8の中性領域であり、引火点は存在しなかった。

【0022】

【表1】

配合成分	実施例								比較例			
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4
DEGDB *1	10	10				10	10	10		20		
TEGDB *2			10									30
MEGMH *3				10								
DEGMB *4					10					10		
C12- $\alpha$ -パラフィン									100			
C14- $\alpha$ -オレフィン *5										60		
DOSK-Na *6	10		20									
SOF-SO <sub>3</sub> Na *7		10			15		20					
DAO *8	3	3			3	20	3	3				
SOF-20 *9	10	10		20	10			15				
POE(15)NPE *10											20	
POE(20)NPE *11										5		
珪酸ナトリウム											10	
トリポリリン酸ナトリウム											5	
水	67	67	70	70	62	70	67	72		5	65	70
洗浄性	94	96	87	80	91	75	90	91	63	54	60	45
(%)	100	100	100	100	100	100	100	100	81	98	67	69
すすぎ性	○	○	○	○	○	○	○	○	—	×	×	○

\*1:ジエチレングリコールジブチルエーテル

\*2:トリエチレングリコールジブチルエーテル

\*3:モノエチレングリコールモノヘキシルエーテル

\*4:ジエチレングリコールモノブチルエーテル

\*5:1-テトラデセン

\*6:ジオクチルスルホコハク酸ナトリウム

\*7:2級アルコールスルホン酸ナトリウム

\*8:ドデシルアミノキシド

\*9:ポリオキシエチレン(2モル)2級アルコールエーテル

\*10:ポリオキシエチレン(15モル)ノニルフェニルエーテル

\*11:ポリオキシエチレン(20モル)ノニルフェニルエーテル

【0023】

【発明の効果】本発明のシリコンウェハ製造工程用洗浄剤組成物は、シリコンウェハ製造工程のシリコンインゴットを切断、スライスした後のシリコンウェハ表面に付着したスライシング油剤、砥粒、シリコン屑等よりなる

汚染物の除去に良好であり、すすぎ後のシミの発生もない。また、引火点もなく、pHが6~8の中性領域であるため人体や環境への負荷が少なく、さらに水にて希釈可能であり経済的にも有用である。